

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-193058

(43)Date of publication of application : 09.07.2003

(51)Int.Cl.

C09K 21/02

C08K 9/02

C08L101/00

(21)Application number : 2001-398716

(71)Applicant : SAKAI CHEM IND CO LTD

(22)Date of filing : 28.12.2001

(72)Inventor : NAKAGAWA KENICHI

ITO YUTAKA

MORI KENJI

(54) FLAME RETARDANT, METHOD FOR PRODUCING THE SAME AND FLAME-RETARDANT RESIN COMPOSITION CONTAINING THE SAME

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a flame retardant comprising magnesium hydroxide particles which have a minute average particle diameter and a low refractive index and excellent dispersibility to a resin.

SOLUTION: The flame retardant is obtained by treating magnesium hydroxide particles with at least one kind of a modification treatment agent selected from a phosphate, a silicate, a borate and boric acid and has  $\leq 0.15 \mu\text{m}$  average particle diameter and 1.55-1.57 refractive index. The flame retardant is preferably obtained by treating an aqueous slurry of magnesium hydroxide particles with the modification treatment agent or subjecting the magnesium hydroxide particles to hydrothermal treatment in the presence of the modification treatment agent.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

01.11.2004

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-193058

(P2003-193058A)

(43) 公開日 平成15年7月9日 (2003.7.9)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テマコード* (参考)
C 0 9 K 21/02		C 0 9 K 21/02	4 H 0 2 8
C 0 8 K 9/02		C 0 8 K 9/02	4 J 0 0 2
C 0 8 L 101/00		C 0 8 L 101/00	

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願2001-398716(P2001-398716)

(22) 出願日 平成13年12月28日 (2001. 12. 28)

(71) 出願人 000174541

堺化学工業株式会社

大阪府堺市戎之町西1丁1番23号

(72) 発明者 中川 健一

大阪府堺市戎島町5丁1番地 堺化学工業株式会社内

(72) 発明者 伊藤 豊

大阪府堺市戎島町5丁1番地 堺化学工業株式会社内

(72) 発明者 森 健治

大阪府堺市戎島町5丁1番地 堺化学工業株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 難燃剤とその製造方法とそれを含む難燃性樹脂組成物

(57) 【要約】

【課題】 微細な平均粒径と低い屈折率を有し、しかも、樹脂への分散性にすぐれる水酸化マグネシウム粒子からなる難燃剤を提供する。

【解決手段】 本発明によれば、水酸化マグネシウム粒子をリン酸塩、ケイ酸塩、ホウ酸塩及びホウ酸から選ばれる少なくとも1種の改質処理剤で処理してなり、0.15  $\mu$ m以下の平均粒径と1.55~1.57の屈折率を有する難燃剤が提供される。このような難燃剤は、好ましくは、水酸化マグネシウム粒子の水性スラリーを上記改質処理剤で処理させるか、又は上記改質処理剤の存在下に水熱処理することによって得ることができる。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】水酸化マグネシウム粒子をリン酸塩、ケイ酸塩、ホウ酸塩及びホウ酸から選ばれる少なくとも 1 種の改質処理剤で処理してなり、 $0.15\mu\text{m}$ 以下の平均粒径と $1.55\sim 1.57$ の範囲の屈折率を有することを特徴とする難燃剤。

【請求項 2】改質処理剤がホウ酸の 1 価、2 価金属塩及びホウ酸から選ばれる少なくとも 1 種である請求項 1 に記載の難燃剤。

【請求項 3】請求項 1 又は 2 に記載の難燃剤を表面処理剤で更に表面処理してなる難燃剤。

【請求項 4】表面処理剤がカップリング剤、高級脂肪酸、高級脂肪酸アルカリ塩、多価アルコールの高級脂肪酸エステル、リン酸エステル、アニオン系界面活性剤、オルガノシロキサン、オルガノシランまたはオルガノシラザンである請求項 3 に記載の難燃剤。

【請求項 5】水酸化マグネシウム粒子に水性媒体中、リン酸塩、ケイ酸塩、ホウ酸塩及びホウ酸から選ばれる少なくとも 1 種の改質処理剤で処理し、又は水酸化マグネシウム粒子の水性スラリーをリン酸塩、ケイ酸塩、ホウ酸塩及びホウ酸から選ばれる少なくとも 1 種の改質処理剤の存在下に水熱処理することを特徴とする請求項 1 に記載の難燃剤の製造方法。

【請求項 6】樹脂 100 重量部に対して請求項 1～3 の何れかに記載の難燃剤 5～350 重量部を配合してなる難燃性樹脂組成物。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、水酸化マグネシウム粒子を特定の処理剤にて処理してなる難燃剤に関し、詳しくは、従来の水酸化マグネシウムの屈折率 $1.57\sim 1.58$ に比べて $1.55\sim 1.57$ を有しており、透明性に優れる難燃性樹脂組成物を与える水酸化マグネシウム粒子からなる難燃剤とその製造方法とそれを樹脂に配合してなる難燃性樹脂組成物に関する。

## 【0002】

【従来の技術】従来、熱可塑性樹脂は、成形性にすぐれると共に、機械的特性や電気的特性にすぐれるところから、例えば、建築、電気、機械、輸送等の種々の産業分野において広く用いられている。特に、ハロゲン系難燃剤を配合したポリ塩化ビニル樹脂組成物は、難燃性にすぐれるので、従来、電線被覆に広く用いられているが、しかし、そのような電線被覆が、一旦、燃焼する事態となれば、有毒なハロゲンガスを発生し、例えば、そのような事態が地下施設等において発生すれば、重大な事故を招くおそれがある。

【0003】そこで、近年、このような問題を解決するために、樹脂として、ポリオレフィン樹脂を用いると共に、難燃剤についても、水酸化マグネシウム等の非ハロゲン系の難燃剤を用いることが推奨されている。水酸化

マグネシウムのような金属水酸化物が難燃剤として有用であることは、従来よりよく知られている。しかし、水酸化マグネシウムは、水酸基を有する親水性無機物質であって、有機高分子物質である樹脂への分散性や相溶性が低く、分散性に劣る問題がある。

【0004】勿論、従来、水酸化マグネシウム粒子の表面に被覆層を形成し、或いは水酸化マグネシウム粒子に異種金属イオンを固溶させて、難燃剤としての性能を改善し、また、それを配合した樹脂組成物の特性を改善することが種々試みられているが、しかし、依然として、得られる樹脂組成物の難燃性は十分とはいえなかった。更に、従来、知られている水酸化マグネシウム粒子を主体とする難燃剤はいずれも、樹脂に配合して、シートやフィルムとした場合、それらは白濁しており、殆ど不透明であった。従って、このような樹脂組成物は、その不透明性の故に、例えば、意匠を施した基材の上の表面層として用いることができなかった。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、従来の水酸化マグネシウムからなる難燃剤における上述した問題を解決するためになされたものであって、優れた難燃性を有するのみならず高い透明性を有する難燃性組成物を与える水酸化マグネシウム粒子からなる難燃剤とその製造方法とそれを含む難燃剤を提供することを目的とする。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】本発明によれば、水酸化マグネシウム粒子をリン酸塩、ケイ酸塩、ホウ酸塩及びホウ酸から選ばれる少なくとも 1 種の改質処理剤で処理してなり、 $0.15\mu\text{m}$ 以下の平均粒径と屈折率が $1.55\sim 1.57$ の範囲を有することを特徴とする難燃剤が提供される。

【0007】また、本発明によれば、水酸化マグネシウム粒子に水性媒体中、リン酸塩、ケイ酸塩、ホウ酸塩及びホウ酸から選ばれる少なくとも 1 種の改質処理剤で処理するか、又は水酸化マグネシウム粒子の水性スラリーをリン酸塩、ケイ酸塩、ホウ酸塩及びホウ酸から選ばれる少なくとも 1 種の改質処理剤の存在下に水熱処理することを特徴とする上記難燃剤の製造方法が提供される。更に、本発明によれば、樹脂 100 重量部に対して、請求項 1 から 4 のいずれかに記載の難燃剤 5～350 重量部を配合してなる難燃性樹脂組成物が提供される。

## 【0008】

【発明の実施の形態】本発明による難燃剤は、水酸化マグネシウム粒子を水性媒体中でリン酸塩、ケイ酸塩、ホウ酸塩及びホウ酸から選ばれる少なくとも 1 種の改質処理剤で処理してなり、 $0.15\mu\text{m}$ 以下の平均粒径と $1.55\sim 1.57$ の範囲の屈折率を有する水酸化マグネシウム粒子からなる。本発明において、難燃剤の屈折率の測定方法は、液浸法による。この方法は、屈折率の異なる液体を種々に混合して、種々の屈折率を有する混

合液体を調製し、このような混合液体中に試料を浸漬し、横から光を照射して、混合液体が透明になったときの混合液体の屈折率をもって、試料の屈折率とする方法である。

【0009】このような本発明による難燃剤は、第1の方法として、水酸化マグネシウム粒子にその水性スラリー中、リン酸塩、ケイ酸塩、ホウ酸塩及びホウ酸から選ばれる少なくとも1種の改質処理剤で処理することによって得ることができる。また、第2の方法として、本発明による難燃剤は、水酸化マグネシウム粒子の水性スラリーをリン酸塩、ケイ酸塩、ホウ酸塩及びホウ酸から選ばれる少なくとも1種の改質処理剤の存在下に水熱処理することによって得ることができる。

【0010】本発明において、水酸化マグネシウムの水性スラリーとは、水溶性マグネシウム塩（例えば、塩化マグネシウムや硝酸マグネシウム等）の水性溶液を水酸化ナトリウムやアンモニア等のアルカリで中和し、水酸化マグネシウムを沈殿させ、かくして得られる水性スラリーや、また、水酸化マグネシウム粒子を水性媒体中に分散させて得られるスラリーをいう。水溶性マグネシウム塩の水性溶液をアルカリで中和して、水酸化マグネシウムの水性スラリーを得る場合、水溶性マグネシウム塩の水溶液とアルカリとを同時中和してもよく、また、一方を他方に加えて中和してもよい。本発明において、水性スラリーとは、スラリーの分散媒が水又は少量の水溶性有機溶剤を含む水溶液をいい、水性溶液とは、同様に、溶液の溶媒が水又は少量の水溶性有機溶剤を含む水溶液をいい、また、水性媒体とは、水又は少量の水溶性有機溶剤を含む水溶液をいう。

【0011】本発明によれば、上記リン酸塩としては、リン酸の1価又は2価金属塩、特に、アルカリ金属塩、アルカリ土類金属塩、亜鉛塩が好ましく、ケイ酸塩としても、ケイ酸の1価又は2価金属塩、特に、アルカリ金属塩、アルカリ土類金属塩、亜鉛塩が好ましい。従って、リン酸塩の具体例としては、例えば、リン酸ナトリウム、リン酸カリウム、トリポリリン酸ナトリウム、リン酸カルシウム、リン酸亜鉛等を挙げることができる。また、ケイ酸塩の具体例としては、例えば、ケイ酸ナトリウム、ケイ酸カリウム、ケイ酸亜鉛等を挙げることができる。

【0012】また、ホウ酸塩としては、1価又は2価金属塩、特に、アルカリ金属塩やアルカリ土類金属塩、亜鉛塩が好ましく、従って、具体例としては、例えば、ホウ酸ナトリウム、ホウ酸カリウム、ホウ酸カルシウム、ホウ酸マグネシウム、ホウ酸ストロンチウム、ホウ酸亜鉛等を挙げることができる。

【0013】本発明によれば、水酸化マグネシウム粒子にその水性スラリー中、上記リン酸塩、ケイ酸塩、ホウ酸塩及びホウ酸から選ばれる少なくとも1種の改質処理剤を処理し、又は水酸化マグネシウム粒子の水性スラリ

ーを上記処理剤の存在下に水熱処理するに際して、上記処理剤は、水酸化マグネシウムに対して、それぞれ酸化物、即ち、五酸化リン（ $P_2O_5$ ）、二酸化ケイ素（ $SiO_2$ ）、酸化ホウ素（ $B_2O_3$ ）換算にて、通常、0.05～15モル%、好ましくは、0.1～10モル%の範囲で用いられる。

【0014】本発明によれば、用いる改質処理剤が、例えば、ホウ酸ナトリウム、トリポリリン酸ナトリウム、ケイ酸ナトリウムのように、水溶性塩であるときは、水酸化マグネシウムの水性スラリーにその水溶性塩又はその水溶液を加え、混合、攪拌して、上記水溶性塩を水酸化マグネシウム粒子に処理することによって、本発明による難燃剤を得ることができる。ここに、水酸化マグネシウム粒子に上記水溶性塩を処理する温度は、通常、0～100℃の範囲にわたってよいが、好ましくは、10～90℃の範囲であり、特に好ましくは、室温（25℃）から80℃の範囲である。

【0015】屈折率は、1.55～1.57の範囲であり、特に、本発明によれば、上記範囲の屈折率を有すると共に、平均粒径が0.01～0.1μm、なかでも、平均粒径が0.01μmから0.15μmの範囲にある（即ち、平均粒径を $d$ （μm）とすると、 $0.01 \leq d \leq 0.15$ ）水酸化マグネシウム粒子からなる難燃剤は、これを樹脂に配合して、難燃性樹脂組成物とすることによって、高い透明性を有するのみならず、高い難燃性を有する難燃性樹脂組成物を得ることができる。

【0016】他方、用いる処理剤が水不溶性塩乃至水難溶性塩、例えば、ホウ酸カルシウム、ケイ酸亜鉛、リン酸カルシウム等であるときは、好ましくは、水酸化マグネシウムの水性スラリーにその水不溶性塩又はその水性分散液を加え、得られた混合物を水熱処理することによって、本発明による難燃剤を得ることができる。

【0017】本発明において、水熱処理（水熱合成とも呼ばれる。）は、水酸化マグネシウム粒子の水性スラリーを上記水不溶性塩の存在下に、加圧下、100℃を越えて250℃以下の温度、好ましくは、150～200℃の範囲の温度で反応させることをいう。水熱処理の時間は、特に、限定されるものではないが、通常、30分から数時間（例えば、2時間）程度である。必要に応じて、水熱処理に際して、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化カルシウム等のようなアルカリを共存させてもよい。

【0018】しかし、用いる処理剤が水溶性塩であるときにも、水酸化マグネシウムの水性スラリーにその水溶性塩又はその水溶液を加え、得られたスラリーを水熱処理してもよい。更に、本発明においては、水酸化マグネシウムは、亜鉛、コバルト、銅、ニッケル、鉄等の異種元素を固溶した固溶体であってもよい。

【0019】また、本発明による難燃剤は、更に、表面処理剤にて表面処理されていてもよい。このように、本

発明による難燃剤を表面処理剤にて表面処理することによって、樹脂への分散性を一層、高めることができる。このような表面処理剤としては、特に、限定されるものではないが、例えば、シランカップリング剤、アルミニウムカップリング剤、チタネートカップリング剤等のカップリング剤、高級脂肪酸又はそのアルカリ金属塩、多価アルコール脂肪酸エステル、リン酸エステル、アニオン系界面活性剤、オルガノシロキサン、オルガノシラン又はオルガノシラザン等を挙げることができる。

【0020】上記シランカップリング剤としては、特に、限定されるものではないが、例えば、ビニルエトキシシラン、ビニルトリス（2-メトキシエトキシ）シラン、 $\gamma$ -メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン、 $\gamma$ -アミノプロピルトリメトキシシラン、 $\beta$ -（3，4-エポキシシクロヘキシル）エチルトリメトキシシラン、 $\gamma$ -グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、 $\gamma$ -メルカプトプロピルトリメトキシシラン等を挙げることができる。

【0021】アルミニウムカップリング剤としては、例えば、アセトアルコキシアルミニウムジイソプロピレート为例示することができ、また、チタネートカップリング剤としては、例えば、イソプロピルトリイソステアロイルチタネート、イソプロピルトリス（ジオクチルパイロホスフェート）チタネート、イソプロピルトリ（ $N$ -アミノエチルアミノエチル）チタネート、イソプロピルトリデシルベンゼンスルホンチタネート等を例示することができる。

#### 【0022】

【実施例】以下に実施例を挙げて本発明を説明するが、本発明はこれら実施例により何ら限定されるものではない。以下において、平均粒径は電子顕微鏡観察によって求めた。ホウ酸カルシウム、ホウ酸ストロンチウム又はホウ酸亜鉛は、ホウ酸ナトリウムにそれぞれ塩化カルシウム、塩化ストロンチウム又は塩化亜鉛を反応させることによって定量的に得ることができる。従って、ホウ酸カルシウム、ホウ酸ストロンチウム又はホウ酸亜鉛を改質処理剤として用いるときは、上述したようにし、それぞれの調製に用いたホウ酸ナトリウム量を酸化ホウ素換算にて示す。

#### 【0023】実施例1

（難燃剤Aの調製）4モル/L濃度の塩化マグネシウム水溶液1Lと14.3モル/L濃度の水酸化ナトリウム水溶液0.503Lを調製した。予め、純水0.3Lを張った沈殿反応器に上記塩化マグネシウム水溶液と水酸化ナトリウム水溶液とを同時に注ぎ、塩化マグネシウムを同時中和して、水酸化マグネシウムの沈殿を含むスラリーを得た。

【0024】別に、ホウ酸ナトリウム10水和物（ $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ）12.1g（ $\text{B}_2\text{O}_3$ 換算で水酸化マグネシウムに対して2モル%）を65℃で水に溶

解させて、水溶液とした。塩化カルシウム3.53gを水に溶解させた水溶液を上記ホウ酸ナトリウム水溶液に加えて、ホウ酸カルシウム（ $\text{CaB}_4\text{O}_7$ ）を沈殿させ、かくして、ホウ酸カルシウムのスラリーを得た。

【0025】上記水酸化マグネシウムのスラリーにこのホウ酸カルシウムのスラリーを加え、30分間、攪拌した後、170℃で1時間、水熱処理した。この水熱処理の終了後、得られたスラリーに70℃にて水酸化マグネシウムに対して $\gamma$ -メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン0.6重量%を加え、1時間、攪拌した。このようにして、シランカップリング剤処理した水酸化マグネシウムを濾過し、水洗、乾燥した後、粉碎して、本発明による難燃剤Aを得た。屈折率は1.56であった。吸油量は41ml/100gであった。

【0026】（難燃剤Bの調製）難燃剤Aの調製において、ホウ酸ナトリウム10水和物（ $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ）17.2g（ $\text{B}_2\text{O}_3$ 換算で水酸化マグネシウムに対して3モル%）を65℃で水に溶解させて、水溶液とした。塩化カルシウム4.99gを水に溶解させて水溶液を調製し、これを上記ホウ酸ナトリウム水溶液に加えて、ホウ酸カルシウム（ $\text{CaB}_4\text{O}_7$ ）を沈殿させ、かくして、ホウ酸カルシウムを含むスラリーを得た。このホウ酸カルシウムのスラリーを用いた以外は、難燃剤Aの調製と同様にて、本発明による難燃剤Bを得た。屈折率は1.56であった。また吸油量は54ml/100gであった。

【0027】（難燃剤Cの調製）難燃剤Aの調製において、ホウ酸ナトリウム10水和物（ $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ）25.9g（ $\text{B}_2\text{O}_3$ 換算で水酸化マグネシウムに対して4モル%）を65℃で水に溶解させて、水溶液とした。塩化カルシウム7.54gを水に溶解させて水溶液を調製し、これを上記ホウ酸ナトリウム水溶液に加えて、ホウ酸カルシウム（ $\text{CaB}_4\text{O}_7$ ）を沈殿させ、かくして、ホウ酸カルシウムのスラリーを得た。このホウ酸カルシウムのスラリーを用いた以外は、難燃剤Aの調製と同様にて、本発明による難燃剤Cを得た。屈折率は1.55であった。吸油量は61ml/100gであった。

【0028】（難燃剤Dの調製）4モル/L濃度の塩化マグネシウム水溶液1Lと14.3モル/L濃度の水酸化ナトリウム水溶液0.503Lを調製した。予め、純水0.3Lを張った沈殿反応器に上記塩化マグネシウム水溶液と水酸化ナトリウム水溶液とを同時に注ぎ、塩化マグネシウムを同時中和して、水酸化マグネシウムの沈殿を含む水スラリーを得た。

【0029】上記水酸化マグネシウムの水スラリーにホウ酸ナトリウム10水和物（ $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ）12.1g（ $\text{B}_2\text{O}_3$ 換算で水酸化マグネシウムに対して2モル%）を加え、30分間、攪拌した後、170℃で1時間、水熱処理した。この水熱処理の終了

後、得られたスラリーに70℃にて水酸化マグネシウムに対してγ-メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン0.6重量%を加え、1時間、攪拌した。このようにして、シランカップリング剤処理した水酸化マグネシウムを濾過し、水洗、乾燥した後、粉碎して、本発明による難燃剤Dを得た。屈折率は1.57であった。吸油量は41ml/100gであった。

【0030】（難燃剤Eの調製）4モル/L塩化マグネシウム水溶液1Lと2.1モル/L塩化亜鉛水溶液0.04Lを混合して混合液として14.3モル/L水酸化ナトリウム水溶液0.503Lにホウ酸ナトリウム10水和物( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ )12.1gを溶解した混合溶液を調整し予め0.3Lの水を添加した反応器で上記混合液を同時中和して水酸化マグネシウムスラリーを得た。更に170℃、1時間水熱反応処理したこと以外は難燃剤Aと同様に処理して難燃剤Eを得た。屈折率は1.56であった。吸油量は43ml/100gであった。

#### 【0031】比較例1

（難燃剤Hの調製）4モル/L濃度の塩化マグネシウム水溶液1Lと14.3モル/L濃度の水酸化ナトリウム水溶液0.559Lを調製した。予め、純水0.3Lを張った沈殿反応器に上記塩化マグネシウム水溶液と水酸化ナトリウム水溶液とを同時に注ぎ、塩化マグネシウムを同時中和して、水酸化マグネシウムの沈殿を含むスラリーを得た。

【0032】この水酸化マグネシウムのスラリーを加熱して、150℃に達したとき、直ちに加熱を止めて、室温まで放冷して、水熱処理した。この水熱処理の後、得られたスラリーに70℃にて水酸化マグネシウムに対してγ-メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン0.6重量%を加え、1時間、攪拌した。このようにして、シランカップリング剤処理した水酸化マグネシウムを濾過し、水洗、乾燥した後、粉碎して、比較例としての難燃剤Hを得た。屈折率は1.58であった。吸油量は32ml/100gであった。

【0033】（難燃剤Iの調製）4モル/L濃度の塩化マグネシウム水溶液1Lと14.3モル/L濃度の水酸化ナトリウム水溶液0.559Lを調製した。予め、純水0.3Lを張った沈殿反応器に上記塩化マグネシウム水溶液と水酸化ナトリウム水溶液とを同時に注ぎ、塩化マグネシウムを同時中和して、水酸化マグネシウムの沈殿を含むスラリーを得た。

【0034】この水酸化マグネシウムのスラリーを加熱して、130℃に達したとき、直ちに加熱を止めて、室温まで放冷して、水熱処理した。この水熱処理の後、得られたスラリーに70℃にて水酸化マグネシウムに対してγ-メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン0.6重量%を加え、1時間、攪拌した。このようにして、シランカップリング剤処理した水酸化マグネシウムを濾

過し、水洗、乾燥した後、粉碎して、比較例としての難燃剤Iを得た。屈折率は1.58であった。吸油量は37ml/100gであった。

【0035】（難燃剤Jの調製）4モル/L濃度の塩化マグネシウム水溶液1Lと14.3モル/L濃度の水酸化ナトリウム水溶液0.503Lを調製した。予め、純水0.3Lを張った沈殿反応器に上記塩化マグネシウム水溶液と水酸化ナトリウム水溶液とを同時に注ぎ、塩化マグネシウムを同時中和して、水酸化マグネシウムの沈殿を含むスラリーを得た。

【0036】この水酸化マグネシウムのスラリーを170℃で1時間、水熱処理し、得られたスラリーに70℃にて水酸化マグネシウムに対してγ-メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン0.6重量%を加え、1時間、攪拌した。このようにして、シランカップリング剤処理した水酸化マグネシウムを濾過し、水洗、乾燥した後、粉碎して、比較例としての難燃剤Jを得た。屈折率は1.58であった。吸油量は29ml/100gであった。

【0037】上記本発明による難燃剤AからEと比較例による難燃剤HからJの平均粒径と比表面積と吸油量を表1及び表2に示す。

#### 【0038】実施例2

（難燃性樹脂組成物の調製とその透明性の評価）エチレン-アクリル酸エチル共重合体樹脂（EEAと略する。アクリル酸エチル含有量15重量%、メルトフローレート0.8g/10分、融点100℃）100重量部に上記実施例1及び比較例1において調製した難燃剤250重量部を混合し、ニーダー混練機を用いて、160℃で15分間、熔融混練した後、ペレットに成形した。このペレットを二軸ロールを用いて、130℃でシート化し、ホットプレスを用いて、温度160℃、圧力50kgf/cm<sup>2</sup>で3分間、加圧して、厚み0.5mmのシートを得た。このシートの内部ヘイズを表1及び表2に示す。また、上記エチレン-アクリル酸エチル共重合体樹脂に難燃剤を配合することなく、上記と同様にして、厚み0.5mmのシートとし、このシートのヘイズを表1に併せて示す。更に、上記難燃剤を配合したシートを短冊状に打ち抜いて、UL94VE法に基づく難燃試験用の試験試料として、難燃試験に供した結果を表3及び表4に示す。

【0039】この表中ヘイズとは成形体を透過する光束のうち成形体内部で散乱する光束の割合であり、成形体の曇り具合並びにその透明性を表す指標として用いられる。即ち、ヘイズ値がより小さい方が透明性が高いと評価する。比較例に比べ、実施例はヘイズ値が小さい。即ち高い透明性を有することがわかる。

【0040】比較例に比べ、実施例は高い吸油量を有する。即ち、樹脂との濡れ性に優れ樹脂中で高い分散性を有するため効率的に難燃剤の機能を発揮することがわか

る。

【0041】

【表1】

	実施例				
	用いた難燃剤				
	A	B	C	D	E
難燃剤の性質					
平均粒径 ( $\mu\text{m}$ )	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
屈折率	1.56	1.56	1.55	1.57	1.56
吸油量 (ml/100g)	41	54	61	41	43
シートの内部ヘイズ (%)	27	25	23	31	28

【0042】

【表2】

	比較例			
	用いた難燃剤			
	なし	H	I	J
難燃剤の性質				
平均粒径 ( $\mu\text{m}$ )		0.1	0.1	0.8
屈折率		1.58	1.58	1.58
吸油量 (ml/100g)		32	37	29
シートの内部ヘイズ (%)	18	58	62	98

その結果、本発明の難燃剤を配合した樹脂組成物は、知られている難燃剤を配合した樹脂組成物に比べて、その透明性が格段に改善されており、特に、コンタクト・クラリティ、即ち、新聞紙等の上に樹脂シートを置いたと

きに樹脂シートを通して見える文字等の明瞭さの向上が著しい。

【0043】

【表3】

	実施例				
	用いた難燃剤				
	A	B	C	D	E
難燃性の評価					
1 回目接炎					
自己消火した試料本数	5/5	5/5	5/5	5/5	5/5
残炎時間 (秒)	4	3	3	4	4
2 回目接炎					
自己消火した試料本数	4/5	4/5	4/5	4/5	4/5
残炎時間 (秒)	7	7	6	8	7

【0044】

【表4】

	比較例		
	用いた難燃剤		
	H	I	J
難燃性の評価			
1回目接炎			
自己消火した試料本数	3/5	3/5	3/5
残炎時間(秒)	4	4	4
2回目接炎			
自己消火した試料本数	2/3	2/3	1/3
残炎時間(秒)	10	9	12

## 【0045】

【発明の効果】本発明による難燃剤は、0.15 $\mu$ m以下の平均粒径と1.55～1.57の範囲の屈折率を有する水酸化マグネシウム粒子からなる。従って、このような難燃剤を樹脂に配合してなる難燃性樹脂組成物は、難燃性のみならず、透明性にもすぐれており、例えば、シートやフィルムとしたとき、その内部ヘイズが著しく

小さく、かくして、フィルムやシートの内部ヘイズも格段に小さく、コンタクトクラリティーを要求される分野に好適に用いることができる。しかし、本発明によれば、難燃剤は、上記用途に限られず、例えば、床材、壁紙、化粧板のような建材、電線やケーブルの被覆、電気部品や自動車部品、その他パイプのような種々の成形品の製造に好適に用いることができる。

フロントページの続き

Fターム(参考) 4H028 AA10 AB02 BA06  
 4J002 AA001 BB071 DE076 FB076  
 FB086 FB096 FB106 FB136  
 FB146 FB156 FB236 FB24